

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-091874
(43)Date of publication of application : 09.04.1996

(51)Int.Cl.

C03C 12/00
C03B 8/02
C03B 19/10
C03B 19/12
C03C 3/091

(21)Application number : 06-235178

(71)Applicant : SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD

(22)Date of filing : 29.09.1994

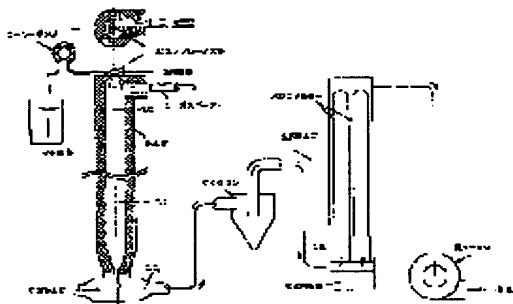
(72)Inventor : YOSHIKAWA TOSHIHARU
ISHIKAWA MASAAKI
SUYAMA YOSHIE

(54) GLASS SPHERICAL POWDER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a glass spherical powder suitable for producing a glass thin film or the like by giving a specific glass composition and controlling glass transition point, softening point and average particle diameter within the specific range.

CONSTITUTION: The glass spherical powder having 550-750° C glass transition point, 700-950° C softening point, 0.1-51 m average particle diameter and substantially no pores is obtained by weight barium nitrate, boric acid, silica sol and alumina sol so as to have a glass composition contg. 40-70wt.% SiO₂, 5-23wt.% Al₂O₃, 2-18wt.% B₂O₃ and 10-30wt.% RO (R is one or more kind of Mg, Ca and Ba), charging them to a vessel, dissolving or diluting and dispersing them in a purified water, feeding the obtained mixture solution or sol having 5wt.% solid concn. expressed in terms of oxide to a spray thermal decomposition device shown in a figure by a constant delivery pump, spraying it together with simultaneously supplied compressed air from a binary fluid spray nozzle into a flame atmosphere having 800-1800° C furnace temp. at its upper part as fine drops of max. 100Mm size to heat-decomposing, quenching and collecting the result in a bag filter.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-91874

(43) 公開日 平成8年(1996)4月9日

| | | | | |
|----------------------------|-------|--------|-----|--------|
| (51) Int. C1. ⁶ | 識別記号 | 府内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
| C O 3 C | 12/00 | | | |
| C O 3 B | 8/02 | | | |
| | 19/10 | Z | | |
| | 19/12 | | | |
| C O 3 C | 3/091 | | | |

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)

| | | | |
|-----------|-----------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平6-235178 | (71) 出願人 | 000183266 住友大阪セメント株式会社 東京都千代田区神田美士代町1番地 |
| (22) 出願日 | 平成6年(1994)9月29日 | (72) 発明者 | 吉川 逸治 大阪府貝塚市二色中町8番1 大阪セメント 株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 石川 真章 大阪府貝塚市二色中町8番1 大阪セメント 株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 周山 よしえ 大阪府貝塚市二色中町8番1 大阪セメント 株式会社内 |
| | | (74) 代理人 | 弁理士 三枝 英二 (外4名) |

(54) 【発明の名称】ガラス球状粉末及びその製造方法

(57) 【要約】

【目的】ガラス薄膜等の製造に最適なガラス粉末を提供することを主な目的とする。

【構成】 a) ガラス組成が

S i O₂ : 40~70 重量%

A l₂ O₃ : 5~23 重量%

B₂ O₃ : 2~18 重量%

R O : 10~30 重量%

(但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種)であって、

b) ガラス転移温度が550~750°C、軟化点が700~950°Cであり、

c) 平均粒径が0.1~5 μmであることを特徴とするガラス球状粉末、及びその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 a) ガラス組成が

SiO₂ : 40~70重量%Al₂O₃ : 5~23重量%B₂O₃ : 2~18重量%

RO : 10~30重量%

(但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種) であって、

b) ガラス転移温度が550~750℃、軟化点が700~950℃であり、

c) 平均粒径が0.1~5μmであることを特徴とするガラス球状粉末。

【請求項2】 平均粒径が0.5~3μmである請求項1記載のガラス球状粉末。

【請求項3】 ガラス粉末の粒子が、実質的に気孔を有しない請求項1又は2に記載のガラス球状粉末。

【請求項4】 乾燥酸化物換算で

SiO₂ : 40~70重量%Al₂O₃ : 5~23重量%B₂O₃ : 2~18重量%

RO : 10~30重量%

(但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種) からなる混合溶液又はゾルを、

800~1800℃の火炎雰囲気中に微細液滴として噴霧し、熱分解した後、急冷することを特徴とするガラス球状粉末の製造方法。

【請求項5】 混合溶液又はゾルの濃度が2~20重量%である請求項4記載の製造方法。

【請求項6】 混合溶液又はゾルの粘度が100cpsを超えない範囲である請求項4又は5に記載の製造方法。

【請求項7】 急冷が、冷却空気を反応炉中に吹き込むことにより行う請求項4又は5に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ガラス球状粉末及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来技術とその課題】 一般に、ガラス薄膜基板はテープ成形法によって成形されることが多い。この場合、その原料であるガラス粉末の粒子が不定形状であると粒子の充填性の低下により成形不良を引き起こす。さらに、上記基板に使用される材料には高い電気絶縁性が要求される。このため、上記ガラス粉末としては、その粒子形状が均一な球状であり、かつ電気絶縁性に悪影響を与える不純物が極力混入していないものを用いることが必要である。

【0003】 また、LCDガラス基板、多層ガラス基板等に使用されるガラス材料には、さらに次の(イ)及び(ロ)の点が要求される。

【0004】 (イ) これらの基板に用いられるガラスは

通常750~1000℃で焼成されるため、そのガラス原料としてはガラス転移点が550~750℃、軟化点が700~950℃の特性を有することが必要である。

【0005】 (ロ) また、アルカリイオンは高温のときの易動度が他の陽イオンと比較して大きいため、ガラス中にアルカリイオンが存在すると加熱によりガラス表面への拡散溶出が起こり、特にNa⁺イオンでは顕著である。従って、アルカリ成分が少ないもの乃至は無アルカリの原料を用いることが望ましい。

10 【0006】 他方、最近では、ガラス/セラミックス粉末と感光性樹脂組成を主成分とし、これにバインダー、溶媒等の必要成分を配合したガラス/セラミックスグリーンシートに関する技術が開示されている(特開平5-170517号公報)。この技術によれば、ホトリソグラフィー技術を利用してヴィアホール、スルーホール及び微細なパターンを容易にかつ高精度に形成することができる。ここに、上記材料の原料の一つとなるガラス粉末は、平均粒径が約0.1~5μmで、かつ球状のガラス粉末を用いることが好ましい。

20 【0007】 この理由は、フォトマスク法により露光される際、光は粒子によって回折・散乱されるが、より高精度のヴィアホール、スルーホール及び微細なパターンを形成するためには、この回折・散乱を抑制する必要がある。回折・散乱の角度及び強度は、粒子の大きさ、屈折率等、殊に粒子形状によって大きく左右されるが、粒子形状が真球状に近いものほど回折・散乱を有効に抑制することができる。これに対し、形状が不定形で粒子のエッジ部分が鋭いと光の散乱が大きくなるので、上下の孔径差のない均一なヴィアホール等が形成できない。従って、できるだけ真球状に近い粒子からなるガラス粉末を用いることが望ましい。

【0008】 また、粒度においては、微細になるほど光の回折・散乱が大きくなり、一方粒径が大きくなると焼結しても十分緻密な焼結体が得られない。このため、上記の一定の粒径範囲をもつガラス粉末を用いることが好ましい。

40 【0009】 以上のように、これらのガラス薄膜基板等に用いられるガラス材料においては、さまざまな特性が要求されるが、これら特性のすべてを兼ね備えていることが理想的である。しかし、現時点では、これらの要求をすべて満たすことができるガラス材料は未だ開発されていない。

【0010】 従来では、ガラス粉末は、ガラスの主要構造を形成する網目形成成分及び修飾成分を与える主原料(ケイ砂、ケイ石、ソーダ灰、石灰石等)と、1%程度の添加でガラスの溶融及び物性に大きな影響を与える副原料(硝石、亜ヒ酸、萤石、酸化アンチモン等)とを含む混合物を、粒度を調整して窯の中に投入し、加熱溶融し、十分に均質化・清澄した後、急冷(水中投下)し、粉碎することにより製造されている。

【0011】しかしながら、上記従来の方法によるガラス粉末は、物理的な粉碎によって粉体化されるものであるため、当然ながら粉末の粒子は不定形状であり、テーブル成形用の原料に適したものとは言い難い。しかも、副原料の使用、天然原料の使用、溶融時又は粉碎時の不純物の混入などによりガラス原料中の不純物の混在が避けられないため、高純度のものが得られないという問題もある。

【0012】ガラス粉末の粒子形状に関し、球状のものを得る方法として、噴霧熱分解法、ゾルゲル法、加水分解法等の各種方法が知られており、特に生産性、コストの面で噴霧分解法が良く利用されている。この方法は、所定温度に保持された電気炉中に噴霧し、電気ヒーターからの輻射熱を利用して熱分解するものである。この方法によれば、原料溶液を瞬時に熱分解するため、多成分系の均一な原料のサブミクロンからミクロンオーダーの微粒子を製造することができる。

【0013】しかしながら、上記方法では、噴霧された液滴は、外部より輻射熱を受けて熱分解・固化し、液滴全体ではなくその表面から固化はじめ、内部液相は毛管現象により既に固化した表面に移動した後、熱分解・固化されるので、内部に気孔を有する粒子が形成される。つまり、この方法により得られる粉末は、真球状であっても中空構造をしているため、比表面積が大きく、成形性が不良となるばかりでなく、緻密な焼結体とならない。従って、上記方法による粉末は、成形性、緻密性等が要求される用途には適用できない。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明は、ガラス薄膜等の製造に最適なガラス粉末を提供することを主な目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記従来技術の問題に鑑みて鋭意研究を重ねた結果、特定の組成をもつガラス原料を一定条件下で噴霧熱分解処理する場合には、一定の物性を兼ね備えているがゆえにガラス基板等の製造に最適なガラス粉末が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0016】即ち、本発明は、下記のガラス球状粉末及びその製造方法に係るものである。

1. a) ガラス組成が

SiO_2 : 40~70重量%

Al_2O_3 : 5~23重量%

B_2O_3 : 2~18重量%

RO : 10~30重量%

(但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種)であって、

b) ガラス転移温度が550~750°C、軟化点が700~950°Cであり、c) 平均粒径が0.1~5μmである

ことを特徴とするガラス球状粉末。

【0017】2. 乾燥酸化物換算で

SiO_2 : 40~70重量%

Al_2O_3 : 5~23重量%

B_2O_3 : 2~18重量%

RO : 10~30重量%

(但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種)からなる混合溶液又はソルを、800~1800°Cの火炎雰囲気中に微細液滴として噴霧し、熱分解した

10 後、急冷することを特徴とするガラス球状粉末の製造方法。

【0018】以下、本発明について詳細に説明する。

【0019】本発明のガラス球状粉末は、 SiO_2 : 40~70重量%、 Al_2O_3 : 5~23重量%、 B_2O_3 : 2~18重量%、 RO : 10~30重量% (但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種)という組成を有し、実質的に無アルカリの組成である。これらの組成のうち一つでも上記範囲外となる場合には、後記所定のガラス転移点又は軟化点をもつガラス粉末とならない。

20 【0020】具体的には、 SiO_2 が70重量%を超えるとガラス転移点及び軟化点が高くなり、一方40重量%未満となるとガラス転移点及び軟化点が低くなる。 Al_2O_3 が23重量%を超えるとガラス転移点及び軟化点が高くなり、一方5重量%未満となるとガラス転移点及び軟化点が低くなる。 B_2O_3 が18重量%を上回るとガラス転移点及び軟化点が低くなり、一方2重量%未満となるとガラス転移点及び軟化点が高くなる。ROが30重量%を上回るとガラス転移点及び軟化点が低くなり、一方10重量%を下回るとガラス転移点及び軟化点が高くなる。

【0021】上記Rは、Mg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種であり、2種以上の併用が可能である。

【0022】また、本発明ガラス球状粉末は、そのガラス転移温度が550~750°C、軟化点が700~950°Cであることを必須とする。ガラス転移温度及び軟化点のいずれかが上記範囲を外れる場合には、ガラス薄膜等の製造に適さなくなる。但し、ガラス粉末をLCDガラス基板、多層ガラス基板等以外の用途に用いる場合に40 おいて当該用途に適用できれば、ガラス転移温度及び軟化点が上記範囲を外れても差支えない。

【0023】さらに、本発明ガラス球状粉末は、その平均粒径が通常0.1~5μm、好ましくは0.5~3μmである。平均粒径が5μmを超えると緻密性の低下が顕著となり、0.1μm未満となると嵩高くなり、成形性が悪くなるので好ましくない。また、本発明における粉末粒子は、ほぼ真球状のものをいい、少なくとも中空状、中空破片状、楕円状等の粒子は除かれる。但し、本発明の効果に悪影響を及ぼさない限り、これら中空状等のものが混在していても良い。

【0024】本発明のガラス球状粉末は、例えば以下の方法により製造することができる。即ち、乾燥酸化物換算で SiO_2 : 40~70重量%、 Al_2O_3 : 5~23重量%、 B_2O_3 : 2~18重量%、 RO : 10~30重量%（但し、RはMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種）からなる混合溶液又はゾルを、800~1500°Cの火炎雰囲気中に微細液滴として噴霧し、熱分解した後、急冷することにより得ることができる。

【0025】上記組成をもつ混合溶液又はゾルとしては、例えばSi、Al、B、及びMg、Ca、Zn及びBaの少なくとも1種の可溶性塩（硝酸塩、塩化物など）を精製水等に溶解させたもの、或いはこれらの酸化物の超微粒子分散液（アルミナゾル、シリカゾルなど）等を用いることができる。これら混合溶液又はゾルを用いることにより、各構成元素をミクロなオーダーで均一混合することができる。また、噴霧・熱分解後に得られる粉末においては、より低温での焼結が可能となり、しかも均一組成の焼結体を得ることができる。さらに、混合溶液のみを用いる場合には、イオンオーダーでの均一混合が可能となり、各特性をより向上させることができる。

【0026】混合溶液又はゾルの濃度は、原料のガラス組成、目的とする用途等に応じて適宜設定すれば良いが、通常は酸化物換算濃度で2~20重量%程度とすれば高収率、好適な噴霧液滴を得ることが可能である。また、混合溶液又はゾルの粘度は、通常は100cpsを超えないこと、できれば20cps以下であることが望ましい。上記粘度が100cpsを超えると所望の微細な噴霧液滴を得ることが困難となる。

【0027】混合溶液又はゾルを微細液滴にする方法は、例えば圧力噴霧法、回転ディスク法、二流体ノズル噴霧法、超音波噴霧法等の公知の方法がいずれも採用することができ、特に液粒径及び処理能力の面で圧力噴霧法又は二流体ノズル噴霧法が好ましく、より好ましくは二流体ノズル噴霧法が良い。

【0028】噴霧は、後記実施例でも示すように公知の噴霧熱分解（噴霧焼成）装置を用いて行うこともできる。送液量、噴霧圧力、送風量等の操作条件は、常法に従えば良く、原料組成等に応じて適宜定めることができる。

【0029】上記混合溶液又はゾルを通常800~1800°C程度の火炎雰囲気中に噴霧し、熱分解させる。熱分解温度が800°C未満の場合には上記混合溶液又はゾルの乾燥熱分解が不十分となり、1800°Cを超える場合には原料の一部が昇華するので好ましくない。

【0030】ここに、本発明方法における熱分解は、火炎の対流伝熱によるものである。従って、従来技術における電気ヒーターの輻射熱による場合と異なり、噴霧された液滴は液滴表面から内部に至るまでほぼ同時に受熱できるので、液滴全体において熱分解、固化が起こり、

その結果内部に気孔が実質的に存在しない球状粉末を得ることができる。

【0031】次いで、生成したガラス球状粉末を急冷する。急冷方法は、一般のガラス製造における公知の方法をそのまま適用できるが、特に反応炉の中に冷却空気を吹き込む方法が好ましい。

【0032】急冷後、必要に応じてサイクロン等による分級工程を経た後、バグフィルター等の常法の捕集方法に従って回収する。これにより、本発明のガラス球状粉末を得ることができる。

【0033】

【発明の効果】本発明のガラス球状粉末の製造方法では、ガラス薄膜等に最適なガラス球状粉末原料を得ることができる。

【0034】すなわち、本発明のガラス球状粉末によれば、その原料となる混合溶液又はゾルを一定温度の火炎雰囲気中に噴霧・熱分解させるものであるので、中空構造をとらない、平均粒径0.1~5μmの真球状のガラス粉末粒子が提供される。そして、これは粒子形状が均一であるゆえに成形性が極めて良好であり、また緻密でもある。しかも、ガラス転移点及び軟化点が一定範囲に制御されているので、様々な用途に好適に使用することができる。

【0035】このような特長をもつ本発明ガラス球状粉末は、特にLCDガラス基板、多層ガラス基板、ガラス／セラミックスグリーンシート等の製造用原料として極めて有用である。

【0036】

【実施例】以下、実施例および比較例を示し、本発明の特徴とするところをより明確にする。

【0037】図1に本実施例で用いた噴霧熱分解装置の概略図を示す。炉本体は、耐火材を張った縦型管状炉であり、最上部に二流体ノズルが設置されており、その直下部にはLPガスバーナーが設けられている。LPガスを燃焼させたバーナーの火炎は、縦型炉内に切線方向に入るようになっており、二流体ノズルより噴霧された微細液滴は直接火炎中に投入される。炉下部には、空気取り入れ口が設けられ、外気を吸い込むことにより、急冷を行うことができる。噴霧熱分解されたガラス粉末はサイクロンを通過して分級され、バグフィルターで捕集される。

【0038】実施例1

硝酸バリウム213g、ホウ酸133.2g、シリカゾル（固体濃度20.5%）1195.1g、アルミナゾル（ベーマイト系、固体濃度11.1%）495.5gを秤量し、これを容器に移し、精製水に溶解させ（ただし、シリカゾル及びアルミナゾルは希釈・分散させた）、全量を10リットルとした（酸化物換算固体濃度5重量%）。

【0039】次に、これを定量ポンプにより5リットル

／hrで図1の噴霧熱分解装置に送液し、同時に4kg/cm²の圧縮空気を40リットル／分で流し、二流体噴霧ノズルより微細液滴として火炎雰囲気中に噴霧した。このとき、噴霧液滴径は、最大100μmであり、上部炉内温度は1000°Cであった。また、炉下部の空気取り入れ直後の温度は約250°Cであった。

【0040】バグフィルターで捕集された粉末の組成は下記の通りであり、その粉末は平均粒径1.25μm、比表面積2.3m²/gの真球状であり、中空状のものは認められなかった。強熱減量は0.1%以下であったことから、熱分解は十分完了していることが認められた。

【0041】SiO₂ : 49%

Al₂O₃ : 11%

B₂O₃ : 15%

BaO : 25%

次いで、得られた粉末をX線回折分析に供したところ、非晶質であることがわかった。また、熱分析の結果、そ*

*のガラス転移点は640°C、軟化点は850°Cであった。

【0042】実施例2～5および比較例1～9

乾燥物酸化物換算で表1に示す組成に調製された混合溶液又はソルを表1に示す固体濃度で10リットル調製し、表1に示した噴霧焼成条件で噴霧熱分解を行い、ガラス粉末をそれぞれ得た。得られたガラス粉末の各物性を表1に示す。

【0043】なお、SiO₂原料としてはシリカゾル(固体濃度20.5%)、Al₂O₃原料としてはアルミナゾル(ベーマイト系、固体濃度11.1%)、B₂O₃原料としてはホウ酸、BaO原料としては硝酸バリウム、MgO原料としては硝酸マグネシウム6水和物、CaO原料としては硝酸カルシウム4水和物、ZnO原料としては硝酸亜鉛6水和物をそれぞれ用いた。

【0044】

【表1】

| | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 実施例5 | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 | 比較例4 | 比較例5 | 比較例6 | 比較例7 | 比較例8 | 比較例9 |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| 固体濃度(w/v%) | 5 | 5 | 7 | 10 | 12 | 5 | 5 | 5 | 10 | 10 | 8 | 8 | 5 | 10 |
| 組成 SiO ₂ | 49 | 53 | 55.5 | 60 | 70 | 52 | 56 | 38 | 45 | 72 | 56 | 68 | 49 | 49 |
| Al ₂ O ₃ | 11 | 21 | 15 | 18 | 6 | 4 | 24 | 13 | 5 | 8 | 16 | 20 | 11 | 11 |
| B ₂ O ₃ | 15 | 10 | 2 | 5 | 12.5 | 18 | 3 | 15 | 19 | 10 | 1 | 3 | 15 | 15 |
| MgO | - | 10 | 2.5 | 9 | 2.5 | 7 | - | 4 | 5 | - | 3 | 9 | - | - |
| CaO | - | 6 | 20 | 8 | 9 | 19 | 10 | 25 | 20 | 10 | 20 | - | - | - |
| ZnO | - | - | 5 | - | - | - | 7 | 5 | - | - | 4 | - | - | - |
| BaO | 25 | - | - | - | - | - | - | - | 6 | - | - | - | 25 | 25 |
| 送液量(l/hr) | 5 | 5 | 5 | 8 | 8 | 8 | 12 | 8 | 8 | 5 | 12 | 5 | 8 | 15 |
| 空気圧力(kg/cm ²) | 4 | 4 | 4 | 5 | 5 | 5 | 3 | 5 | 5 | 4 | 3 | 4 | 4 | 2.5 |
| 送風量(l/min) | 40 | 40 | 42 | 50 | 55 | 50 | 30 | 50 | 52 | 40 | 25 | 40 | 40 | 15 |
| 火炎温度(°C) | 1000 | 1200 | 1400 | 850 | 1200 | 900 | 1300 | 1000 | 900 | 900 | 1300 | 1000 | 750 | 1000 |
| 平均粒径(ミクロン) | 1.25 | 1.39 | 1.35 | 1.59 | 1.65 | 1.61 | 3.7 | 1.5 | 1.47 | 1.29 | 4.2 | 1.24 | 1.7 | 6.5 |
| 形状 | 球状 | *1 |
| ガラス転移点(°C) | 640 | 730 | 730 | 750 | 560 | 530 | 800 | 490 | 535 | 740 | 770 | 830 | - | - |
| 軟化点(°C) | 850 | 910 | 910 | 915 | 780 | 670 | 1000 | 650 | 670 | 960 | 980 | - | 880 | 890 |
| 強熱減量(%) | 0.07 | 0.02 | 0.01 | 0.10 | 0.02 | 0.15 | 0.05 | 0.05 | 0.12 | 0.10 | 0.08 | 0.10 | 0.8 | 1.3 |

*1 橢円体のものも存在、中空状、中空破片状のものも存在

【0045】表1の結果より、比較例1では、Al₂O₃が5重量%未満であるために得られる粉末は平均粒径1.61μmの真球状のものであるが、ガラス転移点が530°C、軟化点が670°Cと低くなつた。比較例2で

は、Al₂O₃が23重量%を超えたため、ガラス転移点が800°C、軟化点が1000°Cと高くなつた。比較例3では、SiO₂が40重量%未満で、かつROが30重量%を超えるので、ガラス転移点が490°C、軟化

点が650°Cと低くなった。B₂O₃が18重量%を超える比較例4は、ともにガラス転移点・軟化点が低くなつた。SiO₂が70重量%を超える比較例5、B₂O₃が2重量%未満の比較例6、及びROが10重量%未満の比較例7は、ガラス転移点・軟化点が高くなつた。

【0046】比較例8は、実施例1と同一組成のものを750°Cで噴霧焼成したものであるが、強熱減量が0.8%と大きく、未分解物が残留していることがわかる。比較例9は、二流体ノズルを用いた噴霧時における空気／液比を低くしたものであるが、得られた粉末は平均粒径が6.5μmと大きく、走査型電子顕微鏡による形状観察の結果真球状ではなく、楕円形のもの、中空状のもの或いは中空破片状のものが多数混在していることが認められた。また、強熱減量も1.3%と十分熱分解されていないことが判明した。

【0047】これら比較例に対し、本発明品である実施例2～5は、所望の物性をすべて兼ね備えており、ガラス薄膜等の製造用原料として有用であることがわかる。

【0048】比較例10

図2に市販の噴霧熱分解装置（「RH-2型噴霧熱分解装置」 大川原化工機製）の概略図を示す。この装置は、外側に配置した高温用電気ヒーターにより、石英製

の反応塔をその輻射熱で加熱する方式と採るものである。噴霧ノズルの形式及び設置箇所は、図1に示したものとほぼ同様である。実施例1で用いたものと同じ原料溶液／ソルを用い、これを定量ポンプにより1リットル/hで送液し、4kg/cm²の圧縮空気を20リットル/分で送風し、微細液滴として1000°Cに加熱された反応炉内に噴霧した。

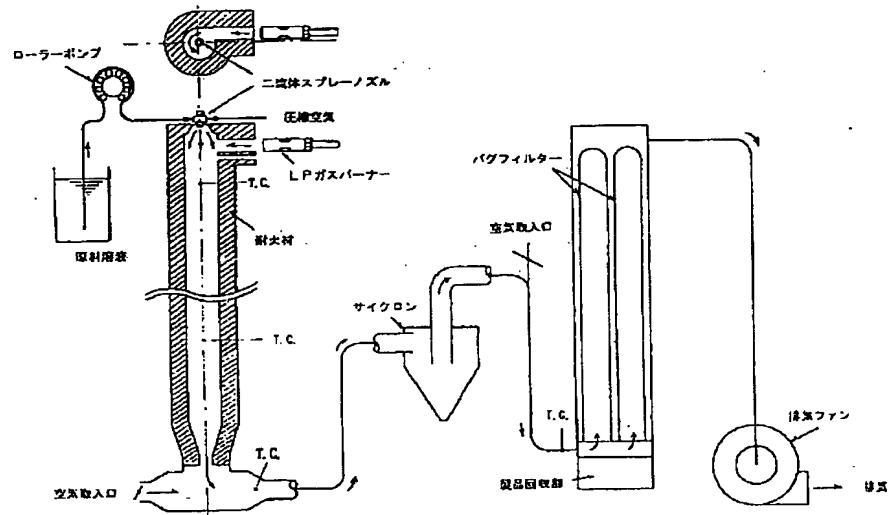
【0049】製品捕集器に捕集された粉末は、実施例1に示した組成とほぼ同じであり、平均粒径が1.19μmの真球状であったが、そのほとんどが中空状であり、粉末の比表面積が70.5m²/gと非常に大きいものであった。また、X線回折分析の結果、得られた粉末は非晶質であった。熱分析の結果、ガラス転移点は635°C、軟化点は850°Cとほぼ実施例1のものと同じであった。一方、焼結体は、内部に多量の微細気泡を含有しており、緻密なものは得られなかった。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例で用いた噴霧熱分解装置の概略図である。

【図2】比較例10で用いた市販の噴霧熱分解装置の概略図である。

【図1】



【図2】

